

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 16/40		8116-4K		
16/34		8116-4K		
H 0 1 L 23/14				
		8719-4M	H 0 1 L 23/ 14	M
		7376-4M	31/ 04	M
審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 8 頁) 最終頁に続く				

(21)出願番号 特願平5-112417

(22)出願日 平成5年(1993)4月16日

(71)出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72)発明者 小野 直人

光市大字島田3434番地 新日本製鐵株式会
社光製鐵所内

(72)発明者 小森 唯志

光市大字島田3434番地 新日本製鐵株式会
社光製鐵所内

(72)発明者 高橋 常利

光市大字島田3434番地 新日本製鐵株式会
社光製鐵所内

(74)代理人 弁理士 井上 雅生

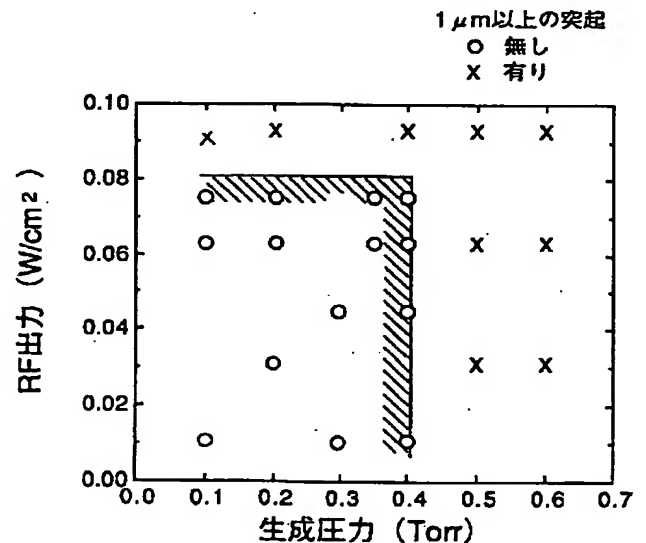
(54)【発明の名称】 表面性状の優れた絶縁材料の製造方法

(57)【要約】

【目的】 表面突起を $1\mu\text{m}$ 以下とする表面性状に優れた絶縁材料を製造する。

【構成】 ステンレス鋼を基板とし、酸化シリコン膜あるいは窒化シリコン膜をプラズマ-CVD法によりドライコーティングする電気絶縁材料の製造において、生成圧力を $0.1\sim 0.4\text{ Torr}$ 、RFパワーを $0.01\sim 0.08\text{ W/cm}^2$ にすることにより表面突起を $1\mu\text{m}$ 以下とすることを特徴とする表面性状に優れた絶縁材料の製造方法。

【効果】 本発明によれば、表面突起を $1\mu\text{m}$ 以下に安定して製造でき、表面性状に優れた絶縁材料を提供することができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ステンレス鋼を基板として、酸化シリコン膜あるいは窒化シリコン膜をプラズマCVD法によりドライコーティングする電気絶縁材料の製造において、生成圧力を0.1~0.4 Torrとし、かつRFパワーを0.01~0.08 W/cm²にすることにより表面突起の高さを1 μm以下とすることを特徴とする表面性状の優れた絶縁材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は金属基板上にプラズマCVD法により酸化シリコン膜あるいは窒化シリコン膜を形成して、IC基板、センサー基板、太陽電池基板、電極基板等に使用される電気絶縁材料を製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 電気絶縁性板状材料は、IC基板、センサー基板、太陽電池基板、電極基板等に使用され、電子・電気産業に欠かせない材料になっている。

【0003】 この絶縁材料には、セラミックス材料、ガラス材料、有機系材料、金属基板上に絶縁樹脂を被覆したもの等が用いられている。

【0004】 セラミックス材料およびガラス材料は強度および加工性が劣るという欠点を持ち、有機系材料および金属基板上に絶縁樹脂を被覆したものはガス放出性および耐熱性が劣るという欠点を持っている。

【0005】 絶縁材料としては、この他にドライコーティング法を用いて金属基板上にセラミック薄膜をコーティングすることによって、電気絶縁性を付与した材料がある。この金属基板としては、耐薬品性、強度の面から

【0006】 プラズマCVD法によりステンレス鋼基板上に酸化シリコン膜あるいは窒化シリコン膜をコーティングした電気絶縁性材料においては、絶縁性は膜厚の増加に伴って向上するため絶縁性の点からは膜厚は厚い方が好ましい。

【0007】 しかし、生産性の点からは膜厚は薄い方が好ましい。絶縁性および生産性を両立させるためには、成膜速度を高めることが必要である。

【0008】 成膜速度を高めるためには、プラズマCVDコーティング時の生成圧力および投入RFパワー等の成膜条件を調整する方法がある。

【0009】 生成圧力および投入RFパワーを高めすぎるとプラズマ中で反応、生成した物質が過飽和になり、薄膜として成長するよりも数μm程度の超微粒子が生成されやすくなる。

【0010】 このような超微粒子はプラズマCVD装置の排気系のフィルターの目づまりを引き起こして圧力制御ができなくなる等のトラブルを生じて安定操業を阻害したり、コーティング材表面に付着して表面突起を生

成したりする。

【0011】 この表面突起のある材料が電気絶縁基板として使用されると、基板上に形成された太陽電池素子等が表面突起により短絡して、製品歩留りや信頼性を低下させる原因となっている。

【0012】 本発明者等は、特願昭59-123984において、太陽電池用金属基板においては大きさ1.0 μm以上の介在物がある場合には金属基板と最外面の電極が短絡し、太陽電池の致命的欠陥になることを示した。

【0013】 ドライコーティングした電気絶縁性材料においても表面突起を1 μm以下にすることが望ましい。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】 ステンレス鋼板を基板とし、プラズマCVD法により酸化シリコン膜あるいは窒化シリコン膜をコーティングした材料の製造において、表面突起を1 μm以下に安定して低減することによって製品歩留りに優れた絶縁材料を製造することである。

【0015】

【課題を解決するための手段】 ステンレス鋼を基板として、酸化シリコン膜あるいは窒化シリコン膜をプラズマCVD法によりドライコーティングする電気絶縁材料の製造において、生成圧力を0.1~0.4 Torrとし、RFパワーを0.01~0.08 W/cm²にすることにより表面突起の高さを1 μm以下に安定して維持することを特徴とする。

【0016】

【作用】 本発明の基板はステンレス鋼を用いる。前記基板の表面性状としては膜の絶縁性および製品歩留りをより確実に確保するために、酸洗による粒界腐食や研削目などの凹凸の少ない状態にしておくことが望ましい。

【0017】 本発明者等は表面突起の高さを1 μm以下に安定して維持する方法について検討した結果、成膜時の生成圧力およびRFパワーが影響し、特に生成圧力の影響が大きいことを見いだした。

【0018】 以下に成膜時の生成圧力およびRFパワーと表面突起との関係について説明する。

【0019】 基板として平均粗度Ra ≤ 0.01 μmの平滑なSUS430BAを用い、モノシラン(SiH₄)、亜酸化窒素(N₂O)を反応ガスとし、窒素(N₂)、アルゴン(Ar)を希釈ガスとして平行平板型電極方式のP-CVD法により表1に示す条件で酸化シリコン膜を形成した。

【0020】 膜厚は膜と基板の段差を粗さ計(DEKTA)により測定し、表面の突起は3次元粗さ計(SURFCOM)により10mm角内の領域を測定した。3次元粗さ計の測定条件を表2に示す。

【0021】 その結果を図1に示す。

【0022】 生成圧力0.1~0.4 Torr、RFパ

ワ-0.01~0.08W/cm²の範囲内では突起高さの状態が安定して得られた。

【0023】生成圧力、RFパワーを大きくすると、すなわち生成圧力が0.4 Torr 超、および又はRFパワーが0.08W/cm²超の範囲では大きな粒子上になって、突起高さは1μmを超えるものが生成した。

【0024】また、生成圧力が0.1 Torr 未満またはパワーが0.01W/cm²未満の範囲では膜の形成速度が遅くなり生産性が著しく低い。

【0025】

【実施例】

【0026】

【実施例1】基板として、表面の平均粗度Ra≤0.01μmの平滑なSUS430BAを用いた。

【0027】これにステンレス鋼コイルを基板としてプラズマCVD装置を用い、モノシラン(SiH₄)、亜酸化窒素(N₂O)を反応ガスとし、窒素(N₂)、アルゴン(Ar)を希釈ガスとして平行平板型電極方式のP-CVD法により表1に示す条件で酸化シリコン膜を形成した。

【0028】絶縁材料の抵抗値は、表面にアルミ(10mm角×0.2μm)を電極として蒸着した後、電極上にテスターの測定子を置き、18ヶ所の電気抵抗値を測定した。測定した内で1MΩ以上の電気抵抗値を示す割合を絶縁達成率(%)とした。

【0029】No. 1~6は本発明例で、生成圧力を0.1~0.4 Torr、RFパワーを0.01~0.08W/cm²にすることにより、1μm以上の突起は1cm²当りに全く無く、低減された。

【0030】絶縁達成率を100%にするには膜厚が1.2μm以上あることが望ましいが、膜厚を増加させるためには基板の通板速度を下げる方法がある。

【0031】No. 7~9は生成圧力が0.4 Torr 以下の場合であるが、RFパワーが0.08W/cm²超のために1μm以上の突起は1cm²当りに1~2個

存在する。

【0032】No. 10~15は生成圧力が0.4 Torr を超える場合で、RFパワーが0.008W/cm²未満の場合、超える場合いずれも1μm以上の突起が存在し、その個数は生成圧力が最も影響する。

【0033】

【実施例2】基板として、表面の平均粗度Ra≤0.01μmの平滑なSUS430BAを用いた。

10 【0034】これにステンレス鋼コイルを基板としてプラズマCVD装置を用い、モノシラン(SiH₄)、アンモニア(NH₃)を反応ガスとし、窒素(N₂)、アルゴン(Ar)を希釈ガスとして平行平板型電極方式のP-CVD法により表1に示す条件で窒化シリコン膜を形成した。

【0035】絶縁材料の抵抗値は、実施例1と同方法で評価した。

20 【0036】No. 1~6は本発明例で、生成圧力を0.1~0.4 Torr、RFパワーを0.01~0.08W/cm²にすることにより、1μm以上の突起は1cm²当りに全く無く、低減された。

【0037】絶縁達成率を100%にするには膜厚が1.2μm以上あることが望ましいが、膜厚を増加させるためには基板の通板速度を下げる方法がある。

【0038】No. 7~9は生成圧力が0.4 Torr 以下の場合であるが、RFパワーが0.08W/cm²超のために1μm以上の突起は1cm²当りに3~10個存在する。

30 【0039】No. 10~15は生成圧力が0.4 Torr を超える場合で、RFパワーが0.008W/cm²未満の場合、超える場合いずれも1μm以上の突起が存在し、その個数は酸化シリコン膜に比較して多く、かつ集団になって存在している。

【0040】

【表1】

表 1

		酸化シリコン膜	窒化シリコン膜
生成圧力(Torr)		0. 1 ~ 0. 6	0. 1 ~ 0. 6
RF出力(W/cm ²)		0. 0 1 ~ 0. 0 9	0. 0 1 ~ 0. 0 9
基板温度(°C)		2 5 0	2 5 0
通板速度(m/min)		0. 0 2	0. 0 2
ガ ス 流 量 C M)	S i H ₄	3 0	3 0
	N ₂ O、NH ₃	1 7 5 (N ₂ O)	3 0 0 (NH ₃)
	A r	1 5 4	2 6 4
	N ₂	2 0 0	1 0 0

【0041】

【表2】

⁷
 表 2

8

測定範囲		$X = 10 \text{ mm}$ $Y = 10 \text{ mm}$
測定点間隔		$X : 0.005 \text{ mm}$ $Y : 0.05 \text{ mm}$
倍 率	高さ方向	$\times 10000$
	横方向	$\times 20$
駆動速度		0.3 mm/min

【0042】

【表3】

表3

	基 板	膜 種	生成圧力 (Torr)	R F パワー (W/cm ²)	0.8 μ m/min通 板時の膜厚 (μ m)	1 M Ω 以上 の絶縁達成 率 (%)	1 μ m 以上の 表面突起個数 (ヶ/cm ²)
本 発 明 例	1 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.1	0.010	0.1	0.0	0
	2 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.1	0.075	0.5	44.4	0
	3 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.25	0.010	0.3	11.1	0
	4 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.25	0.075	1.2	100.0	0
	5 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.4	0.010	0.5	38.9	0
	6 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.4	0.075	1.3	100.0	0
比 較 例	7 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.2	0.094 [*]	0.9	83.3	1
	8 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.3	0.094 [*]	1.2	100.0	1
	9 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.4	0.094 [*]	1.1	100.0	2
	10 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.5 [*]	0.031	1.2	100.0	3
	11 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.5 [*]	0.063	1.2	100.0	5
	12 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.5 [*]	0.094 [*]	1.1	94.4	4
	13 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.6 [*]	0.031	1.2	100.0	7
	14 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.6 [*]	0.063 [*]	1.2	100.0	5
	15 SUS430BA 0.2t	SiOx	0.6 [*]	0.094 [*]	1.0	83.3	7

* 本発明の範囲から外れているもの

【表4】

表4

	基 板	膜 種	生成圧力 (Torr)	R F パワ- (W/cm ²)	膜 厚 (μ m)	1 M Ω 以上 の絶縁達成 率 (%)	1 μ m 以上の 表面突起個数 (ヶ/cm ²)
1	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 1	0. 0 1 0	0. 0 5	0. 0	0
2	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 1	0. 0 7 5	0. 2	1 1. 1	0
3	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 2 5	0. 0 1 0	0. 1 5	0. 0	0
4	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 2 5	0. 0 7 5	0. 6	6 1. 1	0
5	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 4	0. 0 1 0	0. 3	2 7. 8	0
6	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 4	0. 0 7 5	1. 2	1 0 0. 0	0
7	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 2	0. 0 9 4 [*]	0. 3	2 2. 2	3
8	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 3	0. 0 9 4 [*]	0. 5	3 8. 8	1 0
9	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 4	0. 0 9 4 [*]	0. 9	8 3. 3	8
10	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 5 [*]	0. 0 3 1	0. 8	7 7. 7	2 5 0
11	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 5 [*]	0. 0 6 3	1. 1	9 4. 4	2 1 0
12	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 5 [*]	0. 0 9 4 [*]	1. 4	1 0 0. 0	6 0
13	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 6 [*]	0. 0 3 1	1. 1	1 0 0. 0	4 5 0
14	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 6 [*]	0. 0 6 3	1. 3	1 0 0. 0	4 0 0
15	SUS430BA 0.2t	S i x N Y	0. 6 [*]	0. 0 9 4 [*]	1. 5	1 0 0. 0	3 8 0

* 本発明の範囲から外れているもの

【0044】

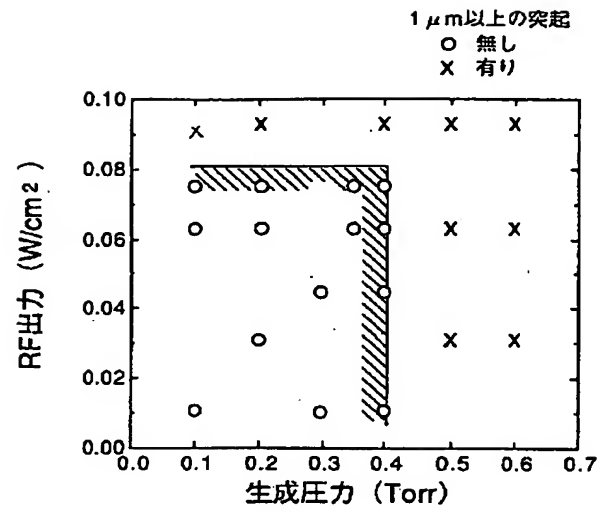
【発明の効果】本発明によれば、ステンレス鋼を基板とし、酸化シリコン膜あるいは窒化シリコン膜をプラズマ-CVD法によりドライコーティングした電気絶縁材料において、生成圧力、R F パワーの範囲を規定すること

により表面性状に優れた絶縁材料を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】1 μ m以上の突起のない成膜条件の範囲を示す図。

【図1】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁵
H 0 1 L 31/04

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所